

## IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

---

x

In re Application of :  
Shigeru Hosoe  
Serial No.: 11/721,547 : Art Unit: 1791  
Filed: November 26, 2003 Examiner:  
For: PROCESSING METHOD OF : WOLLSCHLAGER, JEFFREY  
FORMING A TRANSFERRING SURFACE MICHAL  
, PROCESSING MACHINE, DIE FOR :  
AN OPTICAL ELEMENT AND A  
DIAMOND TOOL 

---

x

STATEMENT OF ACCURACY OF TRANSLATION  
(37 C.F.R. 1.55 & 1.68)

Honorable Commissioner of Patents  
and Trademarks  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

I, Masahiro SUGISAWA hereby declare and say as follows:

I am familiar with both the English and Japanese languages and I have compared the annexed English translation with the description at lines 5-10 on upper right column of page 4 of the Japanese specification of Japanese Patent Application No. 1-20545 which is a priority document of US Patent No. 5,008,002 to Uno et al.

To the best of my knowledge and belief, the annexed English translation is an accurate translation of the above Japanese specification.

The undersigned declares further that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both under Section 1001 of Title 18 of the U.S. Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of the above-identified application or any patent issuing thereon.



Masahiro SUGISAWA

Dated: This 24th day of December, 2008.

**ANNEX**

- 1 English translation --- 1 sheet
- 2 Japanese specification of Japanese Patent Application  
No. 1-20545                    --- 8 sheets

The following Japanese description is a description extracted from lines 5-10 on upper right column of page 4 of the Japanese specification of Japanese Patent Application No. 1-20545 which is a priority document of US Patent No. 5,008,002 to Uno et al.

ガラスプレス成形型の基盤材料として炭化珪素(SiC)焼結体を用い、研削によりプレス成形型形状に加工後、プレス成形の際、ガラスと接する面はCVD法により炭化珪素膜を形成し、更に研削及び研磨して鏡面に仕上げて成形型基盤とする。 ~~また上記成形型基盤の炭化珪素膜上~~

The following is an English translation of the above Japanese description.

Sintered SiC was used as a material for a base of a mold for glass press molding. The sintered SiC was ground into a shape of said mold. Then, on the very surface of the shaped sintered SiC which was to contact with glass during glass press molding was formed a SiC film according to a CVD method. Further, grinding and polishing were effected to allow the SiC film to have a mirror surface to obtain a mold base.

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-199036

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 03 B 11/00識別記号 庁内整理番号  
M 6359-4G

⑭ 公開 平成2年(1990)8月7日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全8頁)

## ⑮ 発明の名称 ガラスプレス成形型の製造方法

⑯ 特 願 平1-20545

⑰ 出 願 平1(1989)1月30日

⑱ 発明者 宇野 賢 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
 ⑲ 発明者 藤野 拓男 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
 ⑳ 発明者 中森 秀樹 東京都千代田区麹町4丁目1番地 プロメトロンテクニクス株式会社内  
 ㉑ 出願人 ホーヤ株式会社 東京都新宿区中落合2丁目7番5号  
 ㉒ 出願人 プロメトロンテクニクス株式会社 東京都千代田区麹町4丁目1番地  
 ㉓ 代理人 弁理士 中村 静男

## 明細書

## 1. 発明の名称

ガラスプレス成形型の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 製造されるべきガラスプレス成形型の基盤上にイオンプレーティング法によりイーカーボン膜を被覆する工程を含み、  
 アノード電極と、第1のカソード電極と、前記ガラスプレス成形型基盤を保持する基盤ホルダーとを有し、さらに前記2つの電極を取り囲む形で前記基盤ホルダーの近くまで伸びているリフレクターを有するイオンプレーティング装置を用い、前記アノード電極と前記第1のカソード電極との間に低電圧を印加して、炭素原子数と水素原子数の比率(C/H)が1/3以上である炭化水素のイオンのアラズマを発生させ、更に前記アノード電極に対して前記基盤ホルダーが第2のカソード電極となるように前記基盤ホルダーと前記アノード電極との間に0.5~2.5KVの電圧を印加するとともに、前記リ

フレクターを前記第1のカソード電極と同電位として、炭化水素イオンを、温度200~400°Cに保持された基盤の方向に集中的に加速することにより、前記イオンプレーティング法を実施することを特徴とするガラスプレス成形型の製造方法。

(2) 前記イオンプレーティング法を実施するに立ち、イオンポンバード処理を行なう、請求項

(1)に記載の方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 【産業上の利用分野】

本発明は、ガラスプレス成形型の製造方法に係り、詳しくはガラスレンズ等の製造に用いられるガラスプレス成形型の製造方法に関する。

## 【従来の技術及びその問題点】

プレス成形によるガラスレンズの製造においては、ガラスレンズ面は高温下において成形型の表面がそのまま転写されることから、成形型表面でガラスレンズ面の面精度ならびに面粗度が確保されなければならず、このためプレス成形型は高温

## 特開平2-199036 (2)

下においてガラスと化学的な反応を起こさないこと、耐酸化性及び耐熱性に優れていること、硬度が高くプレス成形時に組織変化又は塑性変形しないこと、さらに型形状の加工性が良く型表面の摩擦抵抗が極力小さいことなどが必要とされる。

従来、プレス成形型としてはタンクステンカーバイド(WC)、シリコン(Si)、シリコンナイトライド(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)等が用いられているが、これらはいずれも型表面にガラスの融着が起こるため、これを防止する手段として型表面に各種カーボン離型膜を設けることが提案されている。

例えば特開昭61-281030号公報ではマイクロ波プラズマCVD法により原料ガスをメタン(CH<sub>4</sub>)及び水素(H<sub>2</sub>)の混合ガスとしてダイヤモンド状膜を型表面に高温で形成してプレス成形型とする方法が開示されている。

この高温形成のマイクロ波プラズマCVD法により得られたダイヤモンド状膜は、耐熱性及び耐酸化性に優れ、高硬度のため型表面に傷などが生じ難い利点があるが、この膜はダイヤモンド結晶

が集合した多結晶膜であるため表面の凹凸が激しく、型表面の良好な面粗度を得るために研磨工程を必要とする。またマイクロ波プラズマCVD法は再現性が悪く、かつ大面積化が困難であるという問題を有している。さらにプレス成形時に型表面が汚れたり膜の一部が剥離した場合の再生が困難であるという問題を有している。

また特開昭61-242922号公報ではイオンビームスパッタ法によりダイヤモンド状カーボン膜を型表面に低温で形成する方法が開示されている。

この低温形成のイオンビームスパッタ法により得られたダイヤモンド状カーボン膜は、ダイヤモンドに近似した性質を示す非晶質膜であり、室温では高硬度で良好な潤滑性を有するが、プレス成形温度領域に相当する例えば500°C以上の高温では構造がグラファイト化し硬度、耐熱性が劣化するという欠点がある。

この他にもカーボン離型膜としては、グラッシャーカーボン膜やグラファイト膜が挙げられるが、

これらも耐熱性又は耐酸化性に劣るという問題を有している。

従って本発明の目的は、マイクロ波プラズマCVD法やイオンビームスパッタ法などにより設けられたダイヤモンド状カーボン離型膜等のカーボン離型膜を有するガラス成形型の欠点を解消したガラス成形型を提供することにある。

## 〔問題点を解決するための手段〕

本発明は上述の目的を達成するためになされたものであり、本発明のガラスプレス成形型の製造方法は、

製造されるべきガラスプレス成形型の基盤上にイオンブレーティング法によりカーボン膜を被覆する工程を含み、

アノード電極と、第1のカソード電極と、前記プレス成形型基盤を保持する基盤ホルダーとを有し、さらに前記2つの電極を取り囲む形で前記基盤ホルダーの近くまで伸びているリフレクターを有するイオンブレーティング装置を用い、前記アノード電極と前記第1のカソード電極との間に低

電圧を印加して、炭素原子数と水素原子数の比率(C/H)が1/3以上である炭化水素のイオンのプラズマを発生させ、更に前記アノード電極に対して前記基盤ホルダーが第2のカソード電極となるように前記基盤ホルダーと前記アノード電極との間に0.5~2.5KVの電圧を印加するとともに、前記リフレクターを前記第1のカソード電極と同電位として、炭化水素イオンを、温度200~400°Cに保持された基盤の方向に集中的に加速することにより、前記イオンブレーティング法を実施することを特徴とする。

本発明の好ましい態様によれば、前記イオンブレーティング法を実施するに先立ち、イオンポンバー処理を行なうのが好ましい。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明のガラスプレス成形型の製造方法は、製造されるべきガラスプレス成形型の形状とほぼ同一形状に研削、研磨されたガラスプレス成形型基盤上にイオンブレーティング法によりカーボ

## 特開平2-199036 (3)

ン膜(非晶質の硬質カーボン膜)を被覆する工程を含むものである。

基盤材料としては、シリコン(Si)、シリコンナイトライド(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)、タングステンカーバイド(WC)や、アルミニウム(AI<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)とチタンカーバイト(TiC)のサーメット等も用いられるが、炭化珪素(SiC)焼結体を用いるのが好ましい。この炭化珪素焼結体は、プレス成形の際、ガラスと接する面にCVD法による炭化珪素膜を有するものが特に好ましい。

イオンプレーティング法は、アノード電極と、第1のカソード電極と、ガラスプレス成形型基盤を保持する基盤ホルダーとを有し、さらに前記2つの電極を取り囲む形で前記基盤ホルダーの近くまで伸びているレフレクターを有するイオンプレーティング装置を用いて実施される。このイオンプレーティング装置において、前記アノード電極と前記第1のカソード電極との間に低電圧を印加して炭化水素のイオンのプラズマを発生させる。両電極間に印加される低電圧としては50~15

0Vが好ましい。50V未満ではイオン化率が低く非能率であり、150Vを超えるとプラズマが不安定になるからである。また用いられる炭化水素としては、炭素原子数と水素原子数の比率(C/H)が1/3以上であるものに限定され、その例としては、ベンゼン(C/H=6/6)、トルエン(C/H=7/8)、キシレン(C/H=8/10)等の芳香族炭化水素、アセチレン(C/H=2/2)、メチルアセチレン(C/H=3/4)、ブチン類(C/H=4/6)等の三重結合含有不飽和炭化水素、エチレン(C/H=2/4)、プロピレン(C/H=3/7)、ブテン(C/H=4/8)等の二重結合含有不飽和炭化水素、エタン(C/H=2/6)、アロバーン(C/H=3/8)、ブタン(C/H=4/10)、ペンタン(C/H=5/12)等の飽和炭化水素が挙げられる。これらの炭化水素は、単独で用いても良く、2種以上を混合して用いても良い。

これに対して、C/Hが1/3未満のメタン(C/H=1/4)や、アセトン、酢酸、アルコ

ール類(メタノール、エタノール、プロパンノール等)、ジオキサン、アニリン、ビリジン等の酸素や窒素を含む炭化水素化合物は、離型膜の成膜性及びプレス成形時のプレス成形品離型性の少なくともいずれか一方が不十分であり、使用することが不適当であることが判明している。

本発明においては、前記アノード電極に対して前記基盤ホルダーが第2のカソード電極となるように前記基盤ホルダーと前記アノード電極との間に0.5~2.5KVの電圧を印加する。この電圧を0.5~2.5KVに限定した理由は、0.5KV未満では、炭化水素イオンの加速が不十分でガラスプレス成形型基盤とi-カーボン膜との密着性が弱くなり、得られた成形型を用いてプレス成形すると、少ないプレス成形回数でガラスとの離着を生じ、一方2.5KVを超えると、異常放電が生じやすく、得られた成形型の型表面が荒れやすくなるからである。

又本発明においてイオンプレーティング処理時の基盤の温度は200~400°Cに限定される。

本発明者らは基盤を200~400°Cに加熱してi-カーボン膜を形成する根据として、レーザーラマン分光分析より膜形成温度が膜構造と密接に関係していることを明らかにした。i-カーボンとはレーザーラマン分光分析で1550cm<sup>-1</sup>に幅広いピークを示すものと定義付けられ、非晶質のカーボンと考えられている。そして1550cm<sup>-1</sup>のピークが1600cm<sup>-1</sup>側にシフトすると共に、結晶格子の乱れを示す1360cm<sup>-1</sup>のピークが成長した場合にはグラファイト化したものと考えられる。第3図はディスク状の炭化珪素膜上に室温、300、400、450、550°Cの各温度で膜を形成した場合のラマン特性図であり、膜形成温度が室温及び300°Cのものに関してはi-カーボン構造と同定できるが、400°C及び450°Cのものでは1360cm<sup>-1</sup>のピーク強度が大きくなると共に1600cm<sup>-1</sup>側に波長がシフトする傾向があり、550°Cのものはその傾向が一層顕著となりグラファイト構造となっていることが認められた。更にこうして得られたi-カーボ

## 特開平2-199036 (4)

ン膜とグラファイト膜との差異を明らかにするため、島津製作所製微小硬度計D U H - 5 0 を用いて各膜の硬度測定を行ない、それをビッカース硬度に換算した結果、膜形成温度が室温から300°Cでは3000~3400、400°Cでは2400、500°C以上では1500であった。またスクラッチ試験後の痕跡観察において、膜形成温度が室温から200°C未満では痕跡の両端に貝殻状の剥離を伴うような脆弱な膜質であるのに対し、200°C以上ではこのような剥離を伴わない韧性に富んだ膜質であることが認められた。また、耐熱性を調べるための窒素雰囲気中における650°Cのアニーリングテストにおいて、膜形成温度が400°C以上では1時間の保持で炭化珪素膜表面との剥離を生じ、室温から200°C未満では昇温直後にカーボン膜がフィルム状に基盤表面から浮き上り耐熱性に劣ることが認められた。これらに対して膜形成温度が200°C以上では30時間保持後も何ら劣化を示さなかった。

以上が基盤の温度を200~400°Cに限定し

た理由であるが、後記の実施例及び比較例によつてもこのことは十分に実証される。

以下に本発明の実施例について説明する。

## [実施例1]

ガラスプレス成形型の基盤材料として炭化珪素(SiC)焼結体を用い、研削によりプレス成形型形状に加工後、プレス成形の際、ガラスと接する面はCVD法により炭化珪素膜を形成し、更に研削及び研磨して鏡面に仕上げて成形型基盤とする。

次に上記成形型基盤の炭化珪素膜上にイーカーボン膜をイオンプレーティング法により被覆する。第1図に示されたイオンプレーティング装置20において、真空槽11の上部にヒーター19を内蔵した基盤ホルダー12が設けられ、これに炭化珪素膜を有する成形型基盤13が保持されている。基盤ホルダー12と対向した下部にはタンタル(Ta)フィラメントから成る第1のカソード電極14とタンクスチン(W)ワイヤーが格子状に張られたグリッドとしてのアノード電極15が設置され、この両電極14、15を取り囲む



形で基盤ホルダー12の近傍まで円筒形のリフレクター16が設けてあり、これは第1のカソード電極14と同電位とし、プラズマが真空槽側壁に流れず基盤13に集中することを目的としている。また図中、17はアルゴン及びベンゼンガス導入口、18は真空排気のための排気口である。

排気口18より真空槽11内の真空度を $5.0 \times 10^{-6}$ Torrに排気した後、ガス導入口17よりアルゴンガスを導入することによって真空度を $8.0 \times 10^{-4}$ Torrに保持し、第1のカソード電極14とアノード電極15間に70Vの電圧を印加し、この間にプラズマを発生させ、第1のカソード電極14からの熱電子によりアルゴンガスをイオン化する。更に基盤ホルダー12とアノード電極15間に1.0KVの電圧を印加してアルゴンイオンの加速を促進し、成形型基盤13の表面をイオンポンバードすることにより清浄化する。すなわちイオンの全体的な動きから見ればアノード電極15に対して基盤ホルダー12をカソード電極と見なすこともでき、既に述べたよう

に第2のカソード電極と称する。この基盤ホルダー12つまり第2のカソード電極は作業の安全性を考慮してグラウンド電位としてある。以上は装置の原理をわかり易く説明するために述べたものであり、基盤ホルダーがグラウンド電位であるということは実際にはアノード電極15に1.0KVの電位を印加することになり、この電位は、第1のカソード電極14であるフィラメントを加熱してプラズマを発生させる以前に印加しておく方が好ましい。このイオンポンバード工程において成形型基盤13の加熱は必ずしも必要ではないが、型面の清浄効果の促進及び次に続く成膜工程における加熱のことを考えればここで加熱しておくことが好ましい。

次に、再び真空槽11の真空排気を行ない、ガス導入口17よりベンゼンガスを導入することによって真空度を $9.0 \times 10^{-4}$ Torrに保持し、基本的にはイオンポンバード工程と同操作によりイオンプレーティング工程を行なう。すなわち、第1のカソード電極14とアノード電極15間

## 特開平2-199036 (5)

に70Vの電圧を印加してベンゼンイオンのプラズマを発生させ、更に第2のカーソード電極である基盤ホルダー12とアノード電極15間に1.0KVの電圧を印加するとともに、リフレクター16を第1のカーソード電極14と同電位に保持することにより、ベンゼンイオンを成形型基盤13の方向に集中的に加速し、あらかじめ300°Cに加熱しておいた成形型基盤13の表面に膜厚60μのi-カーボン膜を形成する。

このようにして、第2図に示すように、所定形状の炭化珪素焼結体1上のプレス成形面に、CVD法により形成された炭化珪素膜2を有し、さらにこの炭化珪素膜2上に、イオンプレーティング法により形成されたi-カーボン膜3を有する本実施例のガラスプレス成形型4が得られた。

次に本実施例で得られたガラスプレス成形型を用いて行なったプレス成形結果について説明する。第2図の如く、一对のガラスプレス成形型4、4と窓内型5との間にガラスA（ランタン系光学ガラス）からなるガラス6を配置した後、窒素雰囲

気中でガラス6を温度560°C（ガラス粘度 $10^9$ ボアズに相当）にて30kgf/cm<sup>2</sup>のプレス圧で30秒間のプレス成形を行ない、室温まで急冷する操作を繰り返した結果、炭化珪素膜上にi-カーボン膜を600μの膜厚で形成した本実施例の成形型では1000回のプレス成形でもガラスの融着は認められず、i-カーボン膜3の表面も何ら劣化を示さなかった（表-1の実施例1における型試料No. 4~7についてのガラスAの離型状態の記載参照）。これに対して炭化珪素膜を有するが、i-カーボン膜を有しない参考例の成形型では5~9回でガラスの融着が認められた（表-1の参考例における型試料No. 1~3についてのガラスAの離型状態の記載参照）。

また上記ガラスAとは異なるガラスB（バリウム系光学ガラス）を温度720°C（ガラス粘度 $10^9$ ボアズに相当）で上記と同条件でプレス成形を行なったところ、本実施例の成形型では、4種の型試料のうち3種は625~891回目にガラスの融着が認められたが、弗化水素アンモニウム

液による融着ガラスの除去後再びプレス成形の続行が可能であった。また残りの1種の型試料については1000回のプレス成形後も融着は認められなかつた（表-1の実施例1における型試料No. 104~107についてのガラスBの離型状態の記載参照）。

また、このプレス成形に関連して、ディスク状に加工したCVD法による炭化珪素膜又はこの炭化珪素膜上に本実施例の方法に従ってi-カーボン膜を形成したものについて、球状の被成形ガラスとの間の摩擦係数の測定を行なった結果、炭化珪素膜では0.40であるのに対して、炭化珪素膜上にi-カーボン膜を形成したものでは0.10であり、i-カーボン膜が被成形ガラスに対して良好な潤滑性を示していることが認められた。

## 比較例1a

実施例1と同様にベンゼンガスを用い、基盤温度を300°Cとしたが、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧を本発明の範囲（0.5~2.5KV）に含まれない0.4KVとしてイオンプレー

ティング法によりi-カーボン膜を成膜した。

得られたi-カーボン膜付き成形型を用いて実施例1と同様にガラスプレス成形を行なったが、ガラスAの場合、24~29回で融着が認められ、一方ガラスBの場合も20~26回で融着が認められた（表-1の比較例1aにおける型試料No. 8~9及びNo. 108~109の結果参照）。

## 比較例1b

実施例1と同様にベンゼンガスを用い、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧を1.0KVとしたが、基盤温度を本発明の範囲（200~400°C）に含まれない80°Cとしてイオンプレーティング法によりi-カーボン膜を成膜した。

得られたi-カーボン膜付き成形型を用いて実施例1と同様にガラスプレス成形を行なったが、ガラスAの場合、7~9回で融着が認められ、一方ガラスBの場合も2~4回で融着が認められた（表-1の比較例1bにおける型試料No. 10~11及びNo. 110~111の結果参照）。

## 特開平2-199036 (6)

## 比較例 1 c

実施例 1 と同様にベンゼンガスを用い、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧を 1.0 KV としたが、基盤温度を本発明の範囲 (200~400 °C) に含まれない 450 °C としてイオンプレーティング法により i-カーボン膜を成膜した。

得られた i-カーボン膜付き成形型を用いて実施例 1 と同様にガラスプレス成形を行なったが、ガラス A の場合、87~93 回で融着が認められ、一方ガラス B の場合も 41~45 回で融着が認められた (表-1 の比較例 1 c における型試料 No. 12~13 及び No. 112~113 の結果を参照)。

## 実施例 2

原料ガスのベンゼンをアセチレンに変えた以外は実施例 1 と同様の実験を行なった。すなわち、アセチレンガスにより真空間を  $1.0 \times 10^{-3}$  Torr とし、基盤温度 300 °C、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧 1.0 KV、アノード電極と第 1 のカソード電極間の電圧 90 V として成

形型基盤 13 の表面に 600 回の i-カーボン膜を形成した。次に本実施例で得られたガラスプレス成形型を用い実施例 1 におけると同様にプレス成形を行なった結果、ガラス A では 1000 回のプレス成形後もガラスの融着は認められず、i-カーボン膜表面も何ら劣化を示さなかった (表-1 の実施例 2 における型試料 No. 14~17 についてのガラス A の離型状態の記載参照)。またガラス A とは別種のガラス B では、4 種の型試料について 438~518 回目にガラスの融着が認められたため沸化水素アンモニウム液による融着ガラスの除去を行なったところ、融着跡の i-カーボン膜表面に若干の肌荒れが生じたが、その後のプレス成形には支障のない程度であった (表-1 の実施例 2 における型試料 No. 114~117 についてのガラス B の離型状態の記載参照)。

## 比較例 2 a

実施例 2 と同様に基盤温度を 300 °C、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧を 1.0 KV としたが、アセチレンの代りに本発明外のアセトンを

用いイオンプレーティング法により i-カーボン膜を成膜した。

得られた i-カーボン膜付き成形型を用いて実施例 2 と同様にガラスプレス成形を行なったが、ガラス A の場合、87~114 回で融着が認められ、一方ガラス B の場合も 63~91 回で融着が認められた (表-1 の比較例 2 a における型試料 No. 18~19 及び No. 118~119 の結果参照)。

## 比較例 2 b

実施例 2 と同様に基盤温度を 300 °C、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧を 1.0 KV としたが、アセチレンガスの代りに本発明外のメタンガスを用いイオンプレーティング法により i-カーボン膜を成膜した。

得られた i-カーボン膜付き成形型を用いて実施例 2 と同様にガラスプレス成形を行なったが、ガラス A の場合、96~105 回で融着が認められ、一方ガラス B の場合も 53~72 回で融着が認められた (表-1 の比較例 2 b における型試料 No. 20~21 及び No. 120~121 の結

果を参照)。

## 比較例 2 c

実施例 2 と同様に基盤温度を 300 °C、基盤ホルダーとアノード電極間の電圧を 1.0 KV としたが、アセチレンガスの代りに本発明外のビリジンガスを用い、イオンプレーティング法により i-カーボン膜を成膜した。

得られた i-カーボン膜付き成形型を用いて実施例 2 と同様にガラスプレス成形を行なったが、ガラス A の場合、128~142 回で融着が認められ、一方ガラス B の場合も 105~110 回で融着が認められた (表-1 の比較例 2 c における型試料 No. 22~23 及び No. 122~123 の結果参照)。

## 実施例 3~4

原料ガスのベンゼンをトルエン (実施例 3) 及びキシレン (実施例 4) に変えた以外は実施例 1 と同様に実施し、プレス成形型を得た。

得られたプレス成形型を用いてガラスのプレス成形を行なったが、実施例 1 の場合よりもやや劣

特開平2-199036 (7)

るが、実施例3の場合、ガラスAで586回以上まで融着せず、ガラスBで403回以上まで融着せず良好な結果が得られた（表-1の実施例3における型試料No. 24～27及びNo. 124～127の雰型状態の記載参照）。

また実施例4の場合も、ガラスAで582回以上まで融着せず、ガラスBで430回以上まで融着せず、良好な結果が得られた（表-1の実施例4における型試料No. 28～31及びNo. 128～131の難型状態の記載参照）。

案施例5

原料ガスのベンゼンをペンタンに変えた以外は実施例1と同様に実施し、プレス成形型を得た。

得られたプレス成形型を用いてガラスのプレス成形を行なったが、実施例1の場合よりもやや劣るが、ガラスAで631回以上まで融着せず、ガラスBで491回以上まで融着せず良好な結果が得られた（表-1の実施例5における型試料N.O.32～35及びN.O.132～135の離型状態の記載参照）。

表 1

例 No.	成形型	i-カーボン膜の成膜条件	離型状態			
			型見No.	ガラスA	型見No.	ガラスB
参考例	SIC 烧結体にCVD 法によりSIC 膜を設けただけの成形型	—	1	7回目に離着	101	2回目に離着
			2	5〃	102	5〃
			3	9〃	103	3〃
実施例 1	参考例の成形型に i-カーボン膜を設けた成形型	ベンゼンガス, 300 °C, 電圧1.0KV, 膜厚500 Å	4	1,000 回で離着せず	104	625 回目に離着
			5	〃	105	891 〃
			6	〃	106	719 〃
			7	〃	107	1,000 回で離着せず
			8	24回目に離着	108	20回目に離着
			9	29 〃	109	26 〃
			10	7回目に離着	110	2回目に離着
比較例 1a	〃	ベンゼンガス, 300 °C, 0.4KV, 600 Å	11	9 〃	111	4 〃
比較例 1b	〃	ベンゼンガス, 80°C, 1.0KV, 600 Å	12	87回目に離着	112	41回目に離着
比較例 1c	〃	ベンゼンガス, 450 °C, 1.0KV, 600 Å	13	93 〃	113	45 〃
実施例 2	〃	アセトレンガス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	14	1,000 回で離着せず	114	518 回目に離着
			15	〃	115	438 〃
			16	〃	116	482 〃
			17	〃	117	495 〃
			18	87回目に離着	118	53回目に離着
比較例 2a	〃	アセトンガス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	19	114 〃	119	91 〃
比較例 2b	〃	メタングス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	20	105 回目に離着	120	53回目に離着
比較例 2c	〃	ビリジンガス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	21	96 〃	121	72 〃
実施例 3	〃	トルエンガス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	22	142 回目に離着	122	105 回目に離着
			23	128 〃	123	110 〃
			24	652 回目に離着	124	403 回目に離着
			25	586 〃	125	451 〃
			26	723 〃	126	491 〃
実施例 4	〃	キシレンガス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	27	594 〃	127	485 〃
			28	669 回目に離着	128	487 回目に離着
			29	631 〃	129	430 〃
			30	582 〃	130	515 〃
			31	625 〃	131	493 〃
実施例 5	〃	ベンタンガス, 300 °C, 1.0KV, 600 Å	32	788 回目に離着	132	518 回目に離着
			33	716 〃	133	503 〃
			34	631 〃	134	491 〃
			35	692 〃	135	520 〃

## 特開平2-199036 (8)

## [発明の効果]

以上説明した通り本発明のガラスプレス成形型の製造方法によれば、イオンプレーティング法による1-カーボン膜の形成に際して、所定の炭化水素、所定の電圧条件、所定の温度条件等を採用することにより、ガラスプレス成形型基盤との密着性、硬度、潤滑性等にすぐれた1-カーボン膜を有するガラスプレス成形型を得ることができた。このようにして得られたガラスプレス成形型は、ガラスプレス成形を多回繰り返しても1-カーボン膜が剥離しにくく、かつガラス離型性もよいので、長期間にわたってガラスプレス成形のために使用することができる。

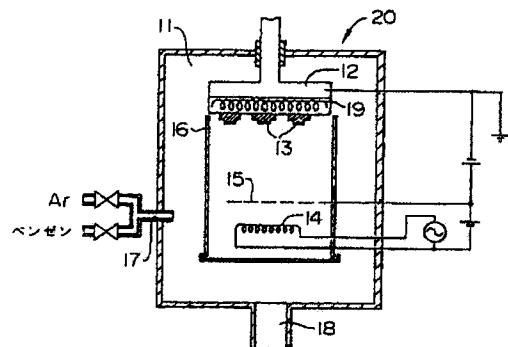
## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法を実施するのに好適なイオンプレーティング装置の概略図、第2図は本発明の方法で得られたガラスプレス成形型を示す概略図、第3図は膜形成温度が膜構造と密接に関係していることを示すレーザーラマン分光分析図である。

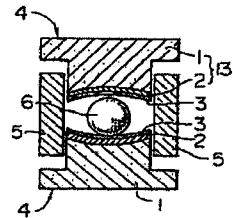
1…炭化珪素焼結体、2…炭化珪素膜、3…1-カーボン膜、4…ガラス成形型、5…案内型、6…被成形ガラス、11…真空槽、12…基盤ホールダー、13…ガラス成形型基盤、14…カソード電極、15…アノード電極、16…リフレクター、17…ガス導入口、18…排気口、19…ヒーター、20…イオンプレーティング装置。

出願人 ホーヤ株式会社  
プロメトロンテクニクス株式会社  
代理人 弁理士 中村 静男

第1図



第2図



第3図

